

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-220307

(43)Date of publication of application : 09.08.1994

(51)Int.Cl. C08L 67/02

B29C 55/12

C08J 5/18

C08K 3/26

// B29K 67:00

B29L 7:00

(21)Application number : 05-011155

(71)Applicant : NITTETSU MINING CO LTD

(22)Date of filing : 26.01.1993

(72)Inventor : WATANABE TATSUHIKO
TANABE KATSUYUKI
UKAGO ATSUSHI

(54) POLYESTER COMPOSITION

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a polyester composition having excellent slipperiness, surface smoothness, abrasion resistance and fall-off resistance.

CONSTITUTION: This polyester composition contains 0.005-5.0wt.% (based on the polyester) of calcium carbonate particles having the following dimensions. The average particle diameter of the minor axis of the particle is 0.005-0.10 μ m, the average particle diameter of the major axis of the secondary particle is 0.05-5.0 μ m and the ratio of the average diameter of the minor axis of the primary particle to the average diameter of the major axis of the secondary particle is 1/(300-2).

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 14.07.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3260881

[Date of registration]

14.12.2001

[Number of appeal against examiner's decision
of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

(57) [Claim(s)]

[Claim 1] The polyester constituent with which the mean particle diameter of the major axis of an aggregated particle is 0.05–5.0 micrometers, and mean particle diameter of the minor axis of a primary particle is characterized by coming to contain the calcium carbonate which has the ratio of the mean particle diameter of the mean particle diameter of the minor axis of a primary particle, and the major axis of an aggregated particle in the range of $1 / 300 - 1/2$ 0.005 to 5.0% of the weight to polyester by 0.005–0.10 micrometers.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Industrial Application] When this invention is fabricated about a polyester constituent for the film and fiber containing the calcium carbonate which has a still more detailed specific configuration, it relates to the polyester constituent which can form the outstanding Plastic solid which shows slipping nature, surface smooth nature, abrasion resistance, and caducous one-proof, and does not have a big and rough projection.

[0002]

[Description of the Prior Art] polyester, especially polyethylene terephthalate were excellent -- it has physical and chemical property and is widely used as a film, fiber, and various kinds of mold goods. In the film field, various applications, such as objects for magnetic tapes, such as an audio tape and a video tape, an object for a package, an object for agriculture, and an object for OHP, are known for especially, and it is used in large quantities in the fiber field as the industrial use as fiber for rubber reinforcement represented by a tire cord, V-belt, and the conveyor belt, or various objects for garments. However, although there are those outstanding properties, it has problems which are not desirable, such as aggravation of workability, and deterioration of commodity value, for the defect of the slipping nature in the forming cycle and the product itself which obtains the above-mentioned cast, and ***** and an omission object.

[0003] Blending a particle into the polyester concerned, giving the suitable projection for a film front face, having and sliding [generate a particle in polyester, or] on it as an approach of conventionally reducing coefficient of friction used as the scale of the defect of slipping nature, and raising a sex is usually performed. As this particle, the particle deposited from the catalyst residue at the time of polyester manufacture etc., and insoluble in polyester, such as a calcium carbonate, a titanium dioxide, a silica, talc, and a kaolin, and an inactive non-subtlety particle are raised. However, on the other hand, the method of making these particles contain will check the surface smooth nature of a film. And since control of particle weight and particle diameter is difficult for the approach of carrying out the internal deposit of the former particle and it is easy to be destroyed at an extension process, satisfactory effectiveness is not acquired in performance traverse or abrasion resistance. Moreover, the compatibility of this particle and polyester produced the void at the extension process around the particle rather than in the case of the approach of adding the latter non-subtlety particle, it was necessarily enough, and it has caused the problem of generating of the face powder by the film, damage on fiber, or omission of a particle. Especially about a magnetic tape, corresponding to a demand called not only slipping nature but the latest quality improvement, and a miniaturization and long duration sound recording, a front face is smooth, the thick thin film is called for and surface smooth nature, abrasion resistance, and caducous one-proof turn into an important property.

[0004] Various attempts are made in order to obtain the film with which are satisfied of all these properties. For example, the approach of using a specific dispersant, in case the glycol slurry

indicated by JP,50-1144,A and JP,51-68695,A is adjusted, The physical distribution approach of giving ultrasonic vibration in case the glycol slurry indicated by JP,52-78953,A is adjusted, How to blend two kinds of particles which have a specific particle-size-distribution ratio in case the polyester film indicated by JP,59-179555,A is manufactured, In case the polyester indicated by JP,62-232431,A is manufactured, the approach of blending the particle containing the element which has a distributed function with specific particle size distribution etc. is raised.

[0005] About an improvement of the compatibility of a non-subtlety particle and polyester, the surface treatment in the polyacrylic acid system polymer indicated by JP,63-128031,A, the surface treatment by the coupling agent indicated by JP,64-43537,A and JP,4-298538,A, etc. are raised especially. On the other hand, the wet method silica particle which made the calcium carbonate and the calcium element of JP,4-224861,A which made the Lynn atom indicated by JP,63-234039,A contain contain five to 40% of the weight is raised as an example to which the chemical composition of the particle itself was changed. Moreover, the silicon oxide particle whose surface area by the BET adsorption method is more than 250m²/g is raised with the composite particle which made the front face of JP,64-48835,A cover the particle of 1/10 or less nuclear pitch diameter as an example which added the device to the configuration of the particle itself on the front face of an inactive particle with ***** of **, and the particle used as the nucleus of JP,3-70768,A, and the aggregated particle whose mean particle diameter which the primary particle of JP,4-25857,B combined is 0.03-3 micrometers.

[0006] However, it slides by any approach and a sex, surface smooth nature, abrasion resistance, and the effectiveness that can be satisfied in respect of [all] caducous [-proof] are not acquired. Although the request to a film with these surface characteristics that carry out repulsion has become strong further in recent years, it is made very difficult to obtain a film with such a property.

[0007]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] This invention was reached by repeating research more wholeheartedly than the composition phase of a non-subtlety particle that this invention persons should cancel the fault of the above-mentioned conventional technique in view of such a situation, particle size distribution being sharp, and the dispersibility in the inside of polyester being good, succeeding in manufacture of a calcium carbonate with few omission from a film, adding, and blending this calcium carbonate further, at polyester.

[0008] That is, the technical problem of this invention is to offer the polyester constituent excellent in slipping nature, surface smooth nature, abrasion resistance, and caducous one-proof.

[0009]

[Means for Solving the Problem and its Function] It solved with the polyester constituent characterized by this invention coming to contain the calcium carbonate which the mean particle diameter (d) of the minor axis of a primary particle is 0.005-0.10 micrometers, and whose mean particle diameter (D) of the major axis of an aggregated particle is 0.05-5.0 micrometers, and has the ratio (d/D) of the mean particle diameter of the mean particle diameter of the minor axis of a primary particle, and the major axis of an aggregated particle in the range of $1/300 - 1/2$ in the above-mentioned technical problem 0.005 to 5.0% of the weight to polyester.

[0010] In this invention, polyester is polyester which uses aromatic series dicarboxylic acid as a main acid component, and is obtained by the polycondensation reaction with a glycol component. As aromatic series dicarboxylic acid, a terephthalic acid, isophthalic acid, naphthalene dicarboxylic acid, bibenzyl dicarboxylic acid, etc. are raised. As a glycol component, ethylene glycol, a diethylene glycol, propylene glycol, tetramethylene glycol, etc. are raised. The most typical thing as polyester makes a subject the polyethylene terephthalate which is made to carry out a polycondensation reaction and is obtained by using a terephthalic acid and ethylene glycol as a main monomer component.

[0011] There is calcite mold ball coal acid calcium obtained by the approach of heat-treating the

spherical desiccation floc concerning JP,3-170327,A for which this invention person etc. applied previously under a carbon-dioxide-gas ambient atmosphere in one of the calcium-carbonate particles which are distributed and contained in the polyester of this invention and which have this description. According to this approach, it is possible to make it control by it not only to be able to performing selection of a primary particle freely, but changing a spraying method, spraying conditions, liquid concentration, etc. in the diameter of an aggregated particle. There is a crystalline substance calcium carbonate prepared by carbonating within the ethylene glycol system concerning Japanese Patent Application No. No. 176948 [four to] which similarly applied previously in one now. Since the crystalline substance calcium carbonate prepared by this approach is crystallized and obtained within an ethylene glycol system, it has the advantage that it can add by the production process of polyester as it is.

[0012] In this invention, the ratio (d/D) of the mean particle diameter of the mean particle diameter of the minor axis of a primary particle and the major axis of an aggregated particle has important semantics especially. As for d/D , it is desirable that it is in the range of $1/300 - 1/2$, and its range of further $1/100 - 1/2$ is desirable. If d/D is smaller than $1/300$, effectiveness falls in respect of omission and $1/2$ or more is geometrically difficult. It is efficient to choose or control the diameter of a primary particle so that d/D goes into the range of $1/300 - 1/2$ according to the desired diameter of an aggregated particle in this invention.

[0013] Although it can add in the phase of the arbitration of a polyester production process, as for the addition stage to the polyester of the calcium-carbonate particle in this invention, it is desirable to add a phase or a prepolymer until this reaction is completed from the early stages of esterification or the ester exchange reaction from a dicarboxylic acid component and a glycol and a prepolymer is obtained by the initial stage which carries out a polycondensation. Moreover, the addition is 0.02 - 3.0 % of the weight preferably 0.005 to 5.0% of the weight to polyester. If there are few additions than 0.005 % of the weight, the slipping nature of a film is inadequate, and if 5.0 % of the weight is exceeded, surface smooth nature, or abrasion resistance and caducous one-proof fall and are not desirable.

[0014] The polyester constituent of this invention is a thing containing the calcium carbonate with which the surface irregularity whose diameter of an aggregated particle is 0.05-5.0 micrometers progressed. Only not only in the improvement of the slipping nature at the time of fabricating for a film or fiber, or surface smooth nature When an inorganic particle is added conventionally, generating of the void by the extension at the time of shaping used as a problem can prevent generating and a wear-resistant fall of the face powder by the omission of a particle considered to be the cause, and can solve problems, such as aggravation of workability, and deterioration of commodity value. In addition, as long as it is the range which does not spoil the effectiveness of the non-subtlety particle of this invention, you may use together with an inorganic or organic particle insoluble in polyester, or the particle which made it deposit by the system of reaction at the time of manufacture of polyester.

[0015] That is, only by using the calcium carbonate prepared by these approaches, the technical problem of this invention can be solved and the polyester constituent fabricated by the film excellent in slipping nature, surface smooth nature, abrasion resistance, and caducous one-proof and fiber can be offered.

[0016]

[Example] The example and the example of a comparison of this invention are given, and it explains still more concretely. Measurement of each property in this invention was carried out by the following approach.

[0017] (1) Particle size distribution (particle diameter measurement)

About the diameter of a primary particle, it judged with the transmission electron microscope (TEM). Moreover, about the diameter of an aggregated particle, Shimadzu centrifugation type particle-size-distribution measuring instrument SA-CP3 was used. In this case, the water solution which dissolved hexametaphosphoric acid sodium in ion exchange water 0.2% of the

weight was used for the dispersion medium, and adding churning occasionally as preliminary distribution, the supersonic wave was irradiated 5 minutes or more, and was measured.

[0018] (2) The slipping nature coefficient of static friction was measured according to ASTM-D-1894B law, and it considered as the standard of an opium poppy with a rank, and slipping nature based on the value at the three-stage.

[0019]

[Table 1]

摩 擦 係 数	滑 り 性
1 . 2 未 満	1 級
1 . 2 以 上 2 . 0 未 満	2 級
2 . 0 以 上	3 級

[0020] It slides, so that the value of coefficient of friction is small, and the sex is good.

[0021] (3) According to the surface smooth nature JIS B0601, it measured using the surfboard COM surface roughness meter. It displays by the center line average of roughness height (Ra) measured under the needle diameter of 2 micrometers, 70mg of loads, 0.25mm of metrics length, and cut-off 0.08mm conditions.

[0022] (4) the face powder generated in a guide roll surface to fixed supply tension when the tape-like roll which carried out the slit of the wear-resistant film to the narrow width is rubbed against the guide roll made from stainless steel and carries out a high speed and long duration transit -- some of amounts were evaluated and ranked as five steps.

[0023]

[Table 2]

耐 摩 耗 性	白 粉 発 生 量
1 級	白粉発生全くなし
2 級	白粉発生わずかにあり
3 級	白粉発生あり
4 級	白粉発生多い
5 級	白粉発生非常に多い

[0024] (5) After vapor-depositing aluminum thinly on the number film front face of big and rough projections of a front face, the number of big and rough projections more than 4-fold ring (a measurement area of 1mm number per two) was counted using the two-beam-interference microscope, and some of numbers of big and rough projections estimated to five steps, and it ranked.

[0025]

[Table 3]

ランク	最大突起数
1 級	0 ～ 3 個 / mm^2
2 級	4 ～ 7 個 / mm^2
3 級	8 ～ 11 個 / mm^2
4 級	12 ～ 15 個 / mm^2
5 級	16 個以上 / mm^2

[0026] Milk of lime of 5% of calcined-lime concentration was carbonated with carbon dioxide gas with the calcium-carbonate A conventional method, and the drainage system slurry of a colloid calcium carbonate with a mean particle diameter of 0.08 micrometers was obtained. After diluting this slurry 5 times, spray drying was carried out with the spray dryer equipped with a two fluid nozzle, and it sintered at 900 degrees C among the ambient atmosphere of 30% of carbon dioxide gas as it is. In this way, after distributing the spherical sintered compact of the obtained calcium carbonate to ethylene glycol, the big and rough particle was removed by the classification, and the ethylene glycol dispersing element of the calcium carbonate of 0.45 micrometers of mean diameters was manufactured.

[0027] In addition, the X diffraction result of the calcium-carbonate powder before distributing to ethylene glycol was in agreement with the pattern of calcite.

[0028] Milk of lime of 5% of calcined-lime concentration was carbonated with carbon dioxide gas with the calcium-carbonate B conventional method, and the drainage system slurry of a colloid calcium carbonate with a mean particle diameter of 0.06 micrometers was obtained. After diluting this slurry 5 times, spray drying was carried out with the spray dryer equipped with a two fluid nozzle, and it sintered at 900 degrees C among the ambient atmosphere of 30% of carbon dioxide gas as it is. In this way, after distributing the spherical sintered compact of the obtained calcium carbonate to ethylene glycol, the big and rough particle was removed by the classification, and the ethylene glycol dispersing element of the calcium carbonate of 0.50 micrometers of average particles was manufactured.

[0029] In addition, the X diffraction result of the calcium-carbonate powder before distributing to ethylene glycol was in agreement with the pattern of calcite.

[0030] Milk of lime of 4% of calcined-lime concentration was carbonated with carbon dioxide gas with the calcium-carbonate C conventional method, and the drainage system slurry of a colloid calcium carbonate with a mean particle diameter of 0.02 micrometers was obtained. After diluting this slurry 4 times, spray drying was carried out with the spray dryer equipped with a two fluid nozzle, and it sintered at 900 degrees C among the ambient atmosphere of 30% of carbon dioxide gas as it is. In this way, after distributing the spherical sintered compact of the obtained calcium carbonate to ethylene glycol, the big and rough particle was removed by the classification, and the ethylene glycol dispersing element of the calcium carbonate of 3.80 micrometers of mean diameters was manufactured.

[0031] In addition, the X diffraction result of the calcium-carbonate powder before distributing to ethylene glycol was in agreement with the pattern of calcite.

[0032] By the same approach as calcium-carbonate D calcium-carbonate C, the ethylene glycol dispersing element of the calcium carbonate of 0.48 micrometers of mean diameters was manufactured.

[0033] 670g of calcined-lime powder was moved to the reaction container made from stainless steel with a capacity of 30l. after injection churning, ethylene glycol 15kg was further added to calcium-carbonate E ethylene glycol 4kg, and the raw material slurry was adjusted to it. At this time, the temperature of a slurry was [11.4 and the conductivity of 32 degrees C and pH] 4.7

mS/cm. Mixed gas with the air of carbon-dioxide-gas concentration 30 capacity % was introduced into this raw material slurry the rate for 66.7l./min. Although pH showed about 1 constant value in the carbonation process, conductivity fell gradually to 1.7 mS/cm and pH gelled the slurry by 6.9 after 40 minutes. The temperature at that time was 42 degrees C. The whole quantity of this gel was warmed at 60 degrees C. Gel collapsed mostly and was slurred again in 2 – 3 hours.

[0034] The slurry of the calcium carbonate put one whole day and night was set to calcium-carbonate E. A part of this slurry was filtered and the X diffraction result of the powder dried at 110 degrees C after washing with the methanol was in agreement with the pattern of calcite. Moreover, the mean particle diameter of an aggregated particle of the primary particle size observed by TEM was 1.21 micrometers in about 0.01 micrometers.

[0035] 1kg of industrial use slaked lime was moved to the reaction container made from stainless steel with a capacity of 30l. after injection churning, ethylene glycol 15kg was further added to calcium-carbonate F ethylene glycol 4kg, and the raw material slurry was adjusted to it. At this time, the temperature of a slurry was [12.4 and the conductivity of 30 degrees C and pH] 3.3 mS/cm. Mixed gas with the air of carbon-dioxide-gas concentration 30 capacity % was introduced into this raw material slurry the rate for 66.7l./min. Although pH showed about 1 constant value in the carbonation process, conductivity fell gradually to 0.8 mS/cm and pH gelled the slurry by 8.0 after 40 minutes. The temperature at that time was 38 degrees C. The whole quantity of this gel was warmed at 60 degrees C. Gel collapsed mostly and was slurred again in 2 – 3 hours.

[0036] The classification was performed to the slurry of the calcium carbonate put one whole day and night, and it was referred to as calcium-carbonate D. A part of this slurry was filtered and the X diffraction result of the powder dried at 110 degrees C after washing with the methanol was in agreement with the pattern of calcite. Moreover, the mean particle diameter of an aggregated particle of the diameter of a primary particle observed by TEM was 0.54 micrometers in about 0.01 micrometers.

[0037] 670g of calcined-lime powder was moved to the reaction container made from stainless steel with a capacity of 30l. after injection churning, ethylene glycol 15kg was further added to calcium-carbonate G ethylene glycol 4kg, and the raw material slurry was adjusted to it. At this time, the temperature of a slurry was [12.2 and the conductivity of 34 degrees C and pH] 3.8 mS/cm. Mixed gas with the air of carbon-dioxide-gas concentration 30 capacity % was introduced into this raw material slurry the rate for 66.7l./min. Although pH showed about 1 constant value in the carbonation process, conductivity fell gradually to 0.8 mS/cm and pH gelled the slurry by 7.2 after 40 minutes. The temperature at that time was 44 degrees C. The whole quantity of this gel was warmed at 60 degrees C. Gel collapsed mostly and was slurred again in 2 – 3 hours.

[0038] The classification was performed to the slurry of the calcium carbonate put one whole day and night, and it was referred to as calcium-carbonate G. A part of this slurry was filtered and the X diffraction result of the powder dried at 110 degrees C after washing with the methanol was in agreement with the pattern of calcite. Moreover, the mean particle diameter of an aggregated particle of the diameter of a primary particle observed by TEM was 0.40 micrometers in about 0.01 micrometers.

[0039] High-speed churning of the fusiform calcium carbonate of the comparison sample A major axis of 3.0 micrometers and 1.0 micrometers of minor axes was carried out with the homogenizer, and ethylene glycol was distributed to homogeneity and it considered as the comparison sample A.

[0040] High-speed churning of the commercial composition calcium carbonate of 0.50 micrometers of comparison sample B mean diameters was carried out with the homogenizer, and ethylene glycol was distributed to homogeneity and it considered as the comparison sample B.

[0041] High-speed churning of the commercial composition calcium carbonate of 0.25 micrometers of comparison sample C mean diameters was carried out with the homogenizer, and the ethylene GURIRE call was distributed to homogeneity and it considered as the comparison sample C.

[0042] High-speed churning of the commercial composition spherical silica of 0.30 micrometers of comparison sample D mean diameters was carried out with the homogenizer, and ethylene glycol was distributed to homogeneity and it considered as the comparison sample D.

[0043] High-speed churning of the commercial composition silica of 0.28 micrometers of comparison sample E mean diameters was carried out with the homogenizer, and ethylene glycol was distributed to homogeneity and it considered as the comparison sample E.

[0044] High-speed churning of the commercial composition titanium oxide of 0.25 micrometers of comparison sample F mean diameters was carried out with the homogenizer, and ethylene glycol was distributed to homogeneity and it considered as the comparison sample F.

[0045] High-speed churning of the commercial composition titanium oxide of 0.21 micrometers of comparison sample G mean diameters was carried out with the homogenizer, and ethylene glycol was distributed to homogeneity and it considered as the comparison sample G.

[0046] As an example 1 acid component, 0.3 % of the weight was added to these in the amount of solid content, the polycondensation of the calcium-carbonate A was carried out to them with the conventional method, using ethylene glycol as a terephthalic acid and a glycol component, and the polyester containing the calcium carbonate of intrinsic viscosity 0.62 was obtained. Desiccation and extrusion were carried out with the conventional method, and it considered as the non-extended sheet, and by 125 degrees C, it extended 5.0 times to the lengthwise direction, and this polyester was succeedingly extended 3.8 times in the longitudinal direction at 115 degrees C. Heat treatment for 10 seconds was performed at 210 more degrees C, and biaxial extension polyester film with a thickness of 15 micrometers was obtained.

[0047] Except having changed to an example 2 - 7 calcium-carbonate A, and having used calcium-carbonate B-G, it is the same as that of an example 1.

[0048] In 8-example 9 example 2, the addition of calcium-carbonate B was made into 0.03 and 3.0 % of the weight in the amount of solid content.

[0049] In 10-example 11 example 7, the addition of calcium-carbonate G was made into 0.03 and 3.0 % of the weight in the amount of solid content.

[0050] Except having changed to the example 1 of a comparison - 3 calcium-carbonate A, and having used comparison sample A-C (calcium carbonate), it is the same as that of an example.

[0051] Except having added 0.23 % of the weight for comparison sample D-E (silica) in the amount of solid content instead of adding 0.3 % of the weight for example of comparison 4, and 5 calcium-carbonate A in the amount of solid content, it is the same as that of an example 1.

[0052] Except having added 0.43 % of the weight for comparison sample F-G (titanium oxide) in the amount of solid content instead of adding 0.3 % of the weight for example of comparison 6, and 7 calcium-carbonate A in the amount of solid content, it is the same as that of an example 1.

[0053] The measurement result in each item of the polyester film produced in the above example and the example of a comparison is collectively shown in Table 4. It is clear from this table for examples 1-11 to be slippery and to excel far compared with the examples 1-7 of a comparison not only in a sex or surface smooth nature but in abrasion resistance and the number of big and rough projections.

[0054]

[Table 4]

	無機微粒子	添加量 (重量%)	一次粒径 (μm)	二次粒径 (μm)	d/D	滑り性 (級)	表面平滑性 (Ra)	耐摩性 (級)	剥離性 (級)
実施例 1	炭酸カルシウム	0.3	0.08	0.45	1/6	1	0.015	1	1
実施例 2	炭酸カルシウム	0.3	0.06	0.50	1/8	1	0.014	1	1
実施例 3	炭酸カルシウム	0.3	0.02	3.80	1/190	1	0.017	1	2
実施例 4	炭酸カルシウム	0.3	0.02	0.48	1/24	1	0.014	1	1
実施例 5	炭酸カルシウム	0.3	0.01	1.21	1/121	1	0.014	1	1
実施例 6	炭酸カルシウム	0.3	0.01	0.54	1/54	1	0.012	1	1
実施例 7	炭酸カルシウム	0.3	0.01	0.40	1/40	1	0.010	1	1
実施例 8	炭酸カルシウム	0.03	0.06	0.50	1/8	2	0.014	1	1
実施例 9	炭酸カルシウム	3.0	0.06	0.50	1/8	1	0.016	2	2
実施例 10	炭酸カルシウム	0.03	0.01	0.40	1/40	2	0.010	1	1
実施例 11	炭酸カルシウム	3.0	0.01	0.40	1/40	1	0.011	1	1
比較例 1	炭酸カルシウム	0.3	3×1	—	—	3	0.061	5	5
比較例 2	炭酸カルシウム	0.3	0.50	—	—	3	0.043	5	5
比較例 3	炭酸カルシウム	0.3	0.25	—	—	2	0.039	4	4
比較例 4	合成シリカ	0.23	0.30	—	—	2	0.022	4	3
比較例 5	合成シリカ	0.23	0.28	—	—	2	0.027	3	4
比較例 6	酸化チタン	0.43	0.25	—	—	2	0.020	3	3
比較例 7	酸化チタン	0.43	0.21	—	—	2	0.018	2	2

[0055]

[Effect of the Invention] The polyester constituent of this invention is a thing containing the calcium carbonate with which the surface irregularity whose diameter of an aggregated particle is 0.05–5.0 micrometers progressed. Only not only in the improvement of the slipping nature at the time of fabricating for a film or fiber, or surface smooth nature When an inorganic particle is added conventionally, generating of the void by the extension at the time of shaping used as a problem can prevent generating and a wear-resistant fall of the face powder by the omission of a particle considered to be the cause, and can solve problems, such as aggravation of workability, and deterioration of commodity value. The outstanding effectiveness is demonstrated in case it is used especially as a base film of a magnetic tape.

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11) 特許番号

特許第3260881号

(P 3 2 6 0 8 8 1)

(45) 発行日 平成14年 2 月 25 日 (2002. 2. 25)

(24) 登録日 平成13年12月14日 (2001. 12. 14)

(51) Int. Cl. ⁷

識別記号

F I

C08L 67/02

C08L 67/02

C08J 5/18

CFD

C08J 5/18

CFD

C08K 3/26

C08K 3/26

請求項の数 1 (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平5-11155

(22) 出願日 平成 5 年 1 月 26 日 (1993. 1. 26)

(65) 公開番号 特開平6-220307

(43) 公開日 平成 6 年 8 月 9 日 (1994. 8. 9)

審査請求日 平成11年 7 月 14 日 (1999. 7. 14)

(73) 特許権者 000227250

日鉄鉱業株式会社

東京都千代田区丸の内 2 丁目 3 番 2 号

(72) 発明者 渡辺 立彦

東京都三鷹市下連雀 8-10-16 日鉄鉱業株式会社内

(72) 発明者 田辺 克幸

東京都三鷹市下連雀 8-10-16 日鉄鉱業株式会社内

(72) 発明者 鶴籠 敦

東京都三鷹市下連雀 8-10-16 日鉄鉱業株式会社内

(74) 代理人 100063130

弁理士 伊藤 武久 (外 1 名)

審査官 森川 聡

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ポリエステル組成物

1

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 一次粒子の短径の平均粒子径が 0. 0 0 5 ~ 0. 1 0 μ m で、二次粒子の長径の平均粒子径が 0. 0 5 ~ 5. 0 μ m であり、一次粒子の短径の平均粒子径と二次粒子の長径の平均粒子径の比が、1 / 3 0 0 ~ 1 / 2 の範囲にある炭酸カルシウムを、ポリエステルに対して 0. 0 0 5 ~ 5. 0 重量% 含有してなることを特徴とするポリエステル組成物。

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

【産業上の利用分野】 本発明は、ポリエステル組成物に関し、更に詳しくは特定の形状を有する炭酸カルシウムを含有する、フィルムや繊維に成形した際に、滑り性、表面平滑性、耐摩耗性、耐脱落性を示し、かつ粗大突起のない優れた成形体を形成し得るポリエステル組成物に

2

関するものである。

【0 0 0 2】

【従来の技術】 ポリエステル、特にポリエチレンテレフタレートは、優れた物理的、化学的特性を有しており、フィルム、繊維、各種の成形品として広く使用されている。なかでもフィルム分野においては、オーディオテープやビデオテープ等の磁気テープ用、包装用、農業用、OHP 用等、様々な用途が知られており、繊維分野においては、タイヤコード、V-ベルト、コンベアベルトに代表されるゴム補強用繊維としての産業用あるいは各種衣料用等として大量に使用されている。しかしながら、それらの優れた特性があるにもかかわらず、上記成型品を得る成形工程や製品自体における滑り性の不良、屑削物や脱落物のため、作業性の悪化、商品価値の低下といった好ましくない問題を抱えている。

10

【0003】従来より、滑り性の不良の尺度となる摩擦係数を低下させる方法として、ポリエステル中で微粒子を生成し、あるいは当該ポリエステル中に微粒子を配合し、フィルム表面に適切な突起を付与して、もって滑り性を向上させることが通常行われている。かかる微粒子としては、ポリエステル製造時の触媒残渣等から析出させた微粒子と、炭酸カルシウム、二酸化チタン、シリカ、タルク、カオリン等のポリエステルに不溶・不活性な無機微粒子があげられる。しかし、これらの微粒子を含有させる方法は反面、フィルムの表面平滑性を阻害することになる。しかも、前者の微粒子を内部析出させる方法は、粒子量・粒子径のコントロールが困難で、かつ延伸工程で破壊されやすいため、走行性や耐摩耗性において満足な効果が得られていない。また、後者の無機微粒子を添加する方法の場合は、該微粒子とポリエステルの親和性は必ずしも充分ではなく、延伸工程で粒子周辺にボイドを生じ、フィルムや繊維の損傷や微粒子の脱落による白粉の発生という問題を引き起こしている。特に磁気テープに関しては、滑り性のみならず、最近の高品質化、小型化・長時間録音という要求に対応して、表面が平滑で厚みのある薄いフィルムが求められており、表面平滑性、耐摩耗性、耐脱落性が重要な特性となる。

【0004】これら全ての特性を満足するフィルムを得るために種々の試みがなされている。例えば、特開昭50-1144号公報や特開昭51-68695号公報に開示されたグリコールスラリーを調整する際に特定の分散剤を使用する方法、特開昭52-78953号公報に開示されたグリコールスラリーを調整する際に超音波震動を与える物理的分散方法、特開昭59-179555号公報に開示されたポリエステルフィルムを製造する際に特定の粒度分布比を持つ2種類の粒子を配合する方法、特開昭62-232431号公報に開示されたポリエステルを製造する際に特定の粒度分布を持ち分散機能のある元素を含有した微粒子を配合する方法、等があげられる。

【0005】特に無機微粒子とポリエステルとの親和性の改善に関しては、特開昭63-128031号公報に開示されたポリアクリル酸系ポリマーでの表面処理、特開昭64-43537号公報や特開平4-298538号公報に開示されたカップリング剤による表面処理、等があげられる。一方、微粒子そのものの化学組成を変化させた例として、特開昭63-234039号公報に開示されたリン原子を含有させた炭酸カルシウムや特開平4-224861号公報のカルシウム元素を5~40重量%含有させた湿式法シリカ粒子があげられる。また、微粒子そのものの形状に工夫を加えた例としては、特開昭64-48835号公報の表面につの状突起を有した不活性微粒子、特開平3-70768号公報の核となる粒子の表面に核の1/10以下の平均径の微粒子を被覆させた複合粒子、特公平4-25857号公報の一次粒

子の結合した平均粒径が0.03~3 μ mの二次粒子でBET法による表面積が250 m^2/g 以上である酸化ケイ素粒子があげられる。

【0006】しかしながら、いずれの方法によっても滑り性、表面平滑性、耐摩耗性、耐脱落性の全ての点で満足できる効果は得られていない。近年、これら相反する表面特性をもったフィルムに対する要望が一層強まっているにもかかわらず、このような特性を持つフィルムを得ることは極めて困難であるとされている。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】このような事情に鑑み、本発明者らは、上記従来技術の欠点を解消すべく無機微粒子の合成段階より鋭意研究を重ね、粒度分布がシャープであり、ポリエステル中での分散性がよく、フィルムからの脱落が少ない炭酸カルシウムの製造に成功し、さらに本炭酸カルシウムをポリエステルに添加・配合することにより本発明に到達した。

【0008】すなわち本発明の課題は、滑り性、表面平滑性、耐摩耗性、および耐脱落性に優れたポリエステル組成物を提供することにある。

【0009】

【課題を解決するための手段及び作用】本発明は上記課題を、一次粒子の短径の平均粒子径(d)が0.005~0.10 μ mで、二次粒子の長径の平均粒子径(D)が0.05~5.0 μ mであり、一次粒子の短径の平均粒子径と二次粒子の長径の平均粒子径の比(d/D)が1/300~1/2の範囲にある炭酸カルシウムを、ポリエステルに対し0.005~5.0重量%含有してなることを特徴とするポリエステル組成物により解決した。

【0010】本発明においてポリエステルとは、芳香族ジカルボン酸を主たる酸成分とし、グリコール成分との重縮合反応によって得られるポリエステルである。芳香族ジカルボン酸としては、テレフタル酸、イソフタル酸、ナフタレンジカルボン酸、ジフェニルエタンジカルボン酸等があげられる。グリコール成分としては、エチレングリコール、ジエチレングリコール、プロピレングリコール、テトラメチレングリコール等があげられる。ポリエステルとして最も代表的なものは、テレフタル酸とエチレングリコールを主要モノマー成分として重縮合反応させて得られるポリエチレンテレフタレートを主体とするものである。

【0011】本発明のポリエステル中に分散・含有される、かかる特徴を有する炭酸カルシウム微粒子の1つには、本発明者等が先に出願した特開平3-170327号公報に係わる球状乾燥凝集体を炭酸ガス雰囲気下において熱処理する方法により得られるカルサイト型球状炭酸カルシウムがある。この方法によれば、一次粒子の選択が自由にできるばかりでなく、二次粒子径においても噴霧方式、噴霧条件、液濃度等を変化させることにより

制御させることが可能である。今1つには、同じく先に
出願した特願平4-176948号に係わるエチレング
リコール系内で炭酸化することにより調製される結晶質
炭酸カルシウムがある。この方法で調製される結晶質炭
酸カルシウムは、エチレングリコール系内で結晶化して
得られるため、そのままポリエステル製の製造工程で添加
できるという利点がある。

【0012】本発明においては、特に一次粒子の短径の
平均粒子径と二次粒子の長径の平均粒子径の比 (d/D) が重要な意味を持つ。すわち d/D は $1/300 \sim 1/2$ の範囲にあることが望ましく、さらに $1/100 \sim 1/2$ の範囲が望ましい。 d/D が $1/300$ より小さいと脱落の点で効果が低下し、 $1/2$ 以上は幾何学的に困難である。本発明においては所望の二次粒子径に合
せて d/D が $1/300 \sim 1/2$ の範囲に入るよう
に一次粒子径を選択あるいは制御するのが効率的である。

【0013】本発明における炭酸カルシウム微粒子のポ
リエステルへの添加時期は、ポリエステル製造工程の任
意の段階で添加できるが、ジカルボン酸成分とグリコー
ルからのエステル化ないしはエステル交換反応の初期から
該反応が終了してプレポリマーが得られるまでの段階
ないしはプレポリマーを重縮合させる初期段階で添加す
ることが好ましい。またその添加量は、ポリエステルに
対し、0.005～5.0重量%、好ましくは0.02
～3.0重量%である。添加量が0.005重量%より
少ないとフィルムの滑り性が不充分であり、5.0重量
%を越えると表面平滑性や耐摩耗性・耐脱落性が低下し
好ましくない。

【0014】本発明のポリエステル組成物は、二次粒子
径が0.05～5.0 μm の表面凹凸の発達した炭酸カ
ルシウムを含有するものであり、フィルムや繊維に成形
した際の滑り性や表面平滑性の改善のみならず、従来無
機微粒子を添加した際に問題となっていた成形時の延伸
によるボイドの発生が原因と考えられる、粒子の脱落に
よる白粉の発生や耐摩耗性の低下を防止することがで
き、作業性の悪化、商品価値の低下といった問題を解決
できる。なお、本発明の無機微粒子の効果を損なわない
範囲であれば、ポリエステルに不溶の無機または有機の
微粒子、あるいはポリエステルの製造時に反応系で析出
させた微粒子と併用しても良い。

【0015】すなわち、これらの方法で調製される炭酸
カルシウムを使用することによってのみ、本発明の課題
を解決でき、滑り性、表面平滑性、耐摩耗性および耐脱
落性に優れたフィルムや繊維に成形されるポリエステル
組成物を提供することができる。

【0016】

【実施例】本発明の実施例および比較例をあげてさらに
具体的に説明する。本発明における各特性の測定は下記
の方法で実施した。

【0017】(1) 粒度分布 (粒子径測定)

一次粒子径については、透過型電子顕微鏡 (TEM) に
より判断した。また二次粒子径については、島津製作所
製遠心沈降式粒度分布測定器 SA-CP3 を使用した。
この場合、分散媒にはイオン交換水にヘキサメタリン酸
ナトリウムを0.2重量%溶解した水溶液を使用し、予
備分散として時折攪拌を加えながら超音波を5分以上照
射し測定した。

【0018】(2) 滑り性

静摩擦係数を ASTM-D-1894B 法に従って測定
し、その値をもとに3段階にランク付けし、滑り性の目
安とした。

【0019】

【表1】

摩 擦 係 数	滑 り 性
1. 2 未 満	1 級
1. 2 以 上 2. 0 未 満	2 級
2. 0 以 上	3 級

【0020】摩擦係数の値が小さいほど滑り性は良好で
ある。

【0021】(3) 表面平滑性

JIS B0601 に準じサーフコム表面粗さ計を使用
して測定した。針径2 μm 、荷重70mg、測定基準長
0.25mm、カットオフ0.08mmの条件下で測定
した中心線平均粗さ (R_a) で表示する。

【0022】(4) 耐摩耗性

フィルムを細幅にスリットしたテープ状ロールをステン
レス製ガイドロールにこすりつけて高速・長時間走行さ
せるとき、一定の供給張力に対してガイドロール表面に
発生する白粉量の多少を5段階に評価しランク付けし
た。

【0023】

【表2】

耐 摩 耗 性	白 粉 発 生 量
1 級	白粉発生全くなし
2 級	白粉発生わずかにあり
3 級	白粉発生あり
4 級	白粉発生多い
5 級	白粉発生非常に多い

【0024】(5) 表面の粗大突起数

フィルム表面にアルミニウムを薄く蒸着した後、二光束
干渉顕微鏡を用いて四重環以上の粗大突起数 (測定面積
1 mm^2 当りの個数) をカウントし、粗大突起数の多少

により5段階に評価しランク付けした。

【0025】

【表3】

ランク	最大突起数
1級	0～3個/mm ²
2級	4～7個/mm ²
3級	8～11個/mm ²
4級	12～15個/mm ²
5級	16個以上/mm ²

【0026】炭酸カルシウムA

常法により生石灰濃度5%の石灰乳を炭酸ガスで炭酸化を行い、平均粒径0.08μmのコロイド状炭酸カルシウムの水系スラリーを得た。このスラリーを5倍に希釈した後、二流体ノズルを装着したスプレードライヤーにて噴霧乾燥し、そのまま炭酸ガス30%の雰囲気中、900℃で焼結した。こうして得られた炭酸カルシウムの球状焼結体をエチレングリコールに分散後、分級により粗大粒子を取り除いて平均粒径0.45μmの炭酸カルシウムのエチレングリコール分散体を製造した。

【0027】なおエチレングリコールに分散前の炭酸カルシウム粉末のX線回折結果はカルサイトのパターンに一致した。

【0028】炭酸カルシウムB

常法により生石灰濃度5%の石灰乳を炭酸ガスで炭酸化を行い、平均粒径0.06μmのコロイド状炭酸カルシウムの水系スラリーを得た。このスラリーを5倍に希釈した後、二流体ノズルを装着したスプレードライヤーにて噴霧乾燥し、そのまま炭酸ガス30%の雰囲気中、900℃で焼結した。こうして得られた炭酸カルシウムの球状焼結体をエチレングリコールに分散後、分級により粗大粒子を取り除いて平均粒子0.50μmの炭酸カルシウムのエチレングリコール分散体を製造した。

【0029】なおエチレングリコールに分散前の炭酸カルシウム粉末のX線回折結果はカルサイトのパターンに一致した。

【0030】炭酸カルシウムC

常法により生石灰濃度4%の石灰乳を炭酸ガスで炭酸化を行い、平均粒径0.02μmのコロイド状炭酸カルシウムの水系スラリーを得た。このスラリーを4倍に希釈した後、二流体ノズルを装着したスプレードライヤーにて噴霧乾燥し、そのまま炭酸ガス30%の雰囲気中、900℃で焼結した。こうして得られた炭酸カルシウムの球状焼結体をエチレングリコールに分散後、分級により粗大粒子を取り除いて平均粒径3.80μmの炭酸カルシウムのエチレングリコール分散体を製造した。

【0031】なお、エチレングリコールに分散前の炭酸

カルシウム粉末のX線回折結果はカルサイトのパターンに一致した。

【0032】炭酸カルシウムD

炭酸カルシウムCと同様の方法で、平均粒径0.48μmの炭酸カルシウムのエチレングリコール分散体を製造した。

【0033】炭酸カルシウムE

エチレングリコール4kgに生石灰粉670gを投入攪拌後、容量30リットルのステンレス製反応容器に移し、さらにエチレングリコール15kgを加えて原料スラリーを調整した。この時、スラリーの温度は32℃、pHは11.4、導電率は4.7mS/cmであった。この原料スラリーに炭酸ガス濃度30容量%の空気との混合ガスを66.7リットル/分の速度で導入した。炭酸化過程ではpHはほぼ一定値を示したが、導電率は1.7mS/cmまで徐々に低下し、40分後、pHが6.9でスラリーはゲル化した。その時の温度は42℃であった。このゲルの全量を60℃に加温した。2～3時間でゲルはほぼ崩壊し、再びスラリー化した。

【0034】一昼夜静置した炭酸カルシウムのスラリーを炭酸カルシウムEとした。このスラリーの一部を濾過し、メタノールで洗浄後110℃で乾燥した粉末のX線回折結果はカルサイトのパターンに一致した。また、TEMで観察した一次粒径は0.01μm程度で二次粒子の平均粒子径は1.21μmであった。

【0035】炭酸カルシウムF

エチレングリコール4kgに工業用消石灰1kgを投入攪拌後、容量30リットルのステンレス製反応容器に移し、さらにエチレングリコール15kgを加えて原料スラリーを調整した。この時、スラリーの温度は30℃、pHは12.4、導電率は3.3mS/cmであった。この原料スラリーに炭酸ガス濃度30容量%の空気との混合ガスを66.7リットル/分の速度で導入した。炭酸化過程ではpHはほぼ一定値を示したが、導電率は0.8mS/cmまで徐々に低下し、40分後、pHが8.0でスラリーはゲル化した。その時の温度は38℃であった。このゲルの全量を60℃に加温した。2～3時間でゲルはほぼ崩壊し、再びスラリー化した。

【0036】一昼夜静置した炭酸カルシウムのスラリーに分級を施し、炭酸カルシウムDとした。このスラリーの一部を濾過し、メタノールで洗浄後110℃で乾燥した粉末のX線回折結果はカルサイトのパターンに一致した。また、TEMで観察した一次粒子径は0.01μm程度で、二次粒子の平均粒子径は0.54μmであった。

【0037】炭酸カルシウムG

エチレングリコール4kgに生石灰粉670gを投入攪拌後、容量30リットルのステンレス製反応容器に移し、さらにエチレングリコール15kgを加えて原料スラリーを調整した。この時、スラリーの温度は34℃、

pHは12.2、導電率は3.8mS/cmであった。この原料スラリーに炭酸ガス濃度30容量%の空気との混合ガスを66.7リットル/分の速度で導入した。炭酸化過程ではpHはほぼ一定値を示したが、導電率は0.8mS/cmまで徐々に低下し、40分後、pHが7.2でスラリーはゲル化した。その時の温度は44℃であった。このゲルの全量を60℃に加温した。2〜3時間でゲルはほぼ崩壊し、再びスラリー化した。

【0038】一昼夜静置した炭酸カルシウムスラリーに分級を施し、炭酸カルシウムGとした。このスラリーの一部を濾過し、メタノールで洗浄後110℃で乾燥した粉末のX線回折結果はカルサイトのパターンに一致した。また、TEMで観察した一次粒子径は0.01μm程度で、二次粒子の平均粒子径は0.40μmであった。

【0039】比較試料A

長径3.0μm、短径1.0μmの紡錘状炭酸カルシウムをホモジナイザーにて高速攪拌してエチレングリコールに均一に分散させ、比較試料Aとした。

【0040】比較試料B

平均粒径0.50μmの市販合成炭酸カルシウムをホモジナイザーにて高速攪拌してエチレングリコールに均一に分散させ、比較試料Bとした。

【0041】比較試料C

平均粒径0.25μmの市販合成炭酸カルシウムをホモジナイザーにて高速攪拌してエチレングリコールに均一に分散させ、比較試料Cとした。

【0042】比較試料D

平均粒径0.30μmの市販合成球状シリカをホモジナイザーにて高速攪拌してエチレングリコールに均一に分散させ、比較試料Dとした。

【0043】比較試料E

平均粒径0.28μmの市販合成シリカをホモジナイザーにて高速攪拌してエチレングリコールに均一に分散させ、比較試料Eとした。

【0044】比較試料F

平均粒径0.25μmの市販合成酸化チタンをホモジナイザーにて高速攪拌してエチレングリコールに均一に分散させ、比較試料Fとした。

【0045】比較試料G

平均粒径0.21μmの市販合成酸化チタンをホモジナ

イザーにて高速攪拌してエチレングリコールに均一に分散させ、比較試料Gとした。

【0046】実施例1

酸成分としてテレフタル酸、グリコール成分としてエチレングリコールを用い、これらに炭酸カルシウムAを固形分量で0.3重量%を加えて常法により重縮合し、固有粘度0.62の炭酸カルシウム含有したポリエステルを得た。このポリエステルの常法により乾燥、押し出しをして未延伸シートとし、125℃で縦方向に5.0倍に、引き続いて115℃で横方向に3.8倍に延伸した。さらに210℃で10秒間の熱処理を行って厚さ15μmの2軸延伸ポリエステルフィルムを得た。

【0047】実施例2〜7

炭酸カルシウムAにかわり炭酸カルシウムB〜Gを使用した以外は、実施例1と同様である。

【0048】実施例8・9

実施例2において、炭酸カルシウムBの添加量を固形分量で0.03、3.0重量%とした。

【0049】実施例10・11

実施例7において、炭酸カルシウムGの添加量を固形分量で0.03、3.0重量%とした。

【0050】比較例1〜3

炭酸カルシウムAにかわり比較試料A〜C（炭酸カルシウム）を使用した以外は、実施例と同様である。

【0051】比較例4・5

炭酸カルシウムAを固形分量で0.3重量%を加えるかわりに比較試料D〜E（シリカ）を固形分量で0.23重量%を加えた以外は、実施例1と同様である。

【0052】比較例6・7

炭酸カルシウムAを固形分量で0.3重量%を加えるかわりに比較試料F〜G（酸化チタン）を固形分量で0.43重量%を加えた以外は、実施例1と同様である。

【0053】以上の実施例、比較例で作製したポリエステルフィルムの各項目における測定結果を表4にまとめて示す。実施例1〜11が滑り性や表面平滑性のみならず、耐摩耗性や粗大突起数において比較例1〜7に較べてはるかにすぐれていることは、この表から明らかである。

【0054】

【表4】

	無機微粒子	添加量 (重量%)	一次粒径 (μm)	二次粒径 (μm)	d/D	滑り性 (級)	表面平滑性 (Ra)	耐摩耗性 (級)	粗大突起数
実施例1	炭酸カルシウム	0.3	0.08	0.45	1/6	1	0.015	1	1
実施例2	炭酸カルシウム	0.3	0.06	0.50	1/8	1	0.014	1	1
実施例3	炭酸カルシウム	0.3	0.02	3.80	1/190	1	0.017	1	2
実施例4	炭酸カルシウム	0.3	0.02	0.48	1/24	1	0.014	1	1
実施例5	炭酸カルシウム	0.3	0.01	1.21	1/121	1	0.014	1	1
実施例6	炭酸カルシウム	0.3	0.01	0.54	1/54	1	0.012	1	1
実施例7	炭酸カルシウム	0.3	0.01	0.40	1/40	1	0.010	1	1
実施例8	炭酸カルシウム	0.03	0.06	0.50	1/8	2	0.014	1	1
実施例9	炭酸カルシウム	3.0	0.06	0.50	1/8	1	0.016	2	2
実施例10	炭酸カルシウム	0.03	0.01	0.40	1/40	2	0.010	1	1
実施例11	炭酸カルシウム	3.0	0.01	0.40	1/40	1	0.011	1	1
比較例1	炭酸カルシウム	0.3	3×1	—	—	3	0.061	5	5
比較例2	炭酸カルシウム	0.3	0.50	—	—	3	0.043	5	5
比較例3	炭酸カルシウム	0.3	0.25	—	—	2	0.039	4	4
比較例4	合成シリカ	0.23	0.30	—	—	2	0.022	4	3
比較例5	合成シリカ	0.23	0.28	—	—	2	0.027	3	4
比較例6	酸化チタン	0.43	0.25	—	—	2	0.020	3	3
比較例7	酸化チタン	0.43	0.21	—	—	2	0.018	2	2

【0055】

【発明の効果】本発明のポリエステル組成物は、二次粒子径が0.05～5.0 μm の表面凹凸の発達した炭酸カルシウムを含有するものであり、フィルムや繊維に成形した際の滑り性や表面平滑性の改善のみならず、従来無機微粒子を添加した際に問題となっていた成形時の延

伸によるボイドの発生が原因と考えられる、粒子の脱落による白粉の発生や耐摩耗性の低下を防止することができ、作業性の悪化、商品価値の低下といった問題を解消できる。特に磁気テープのベースフィルムとして使用する際にすぐれた効果を発揮する。

フロントページの続き

(56)参考文献 特開 昭60-197755 (JP, A)

(58)調査した分野(Int. Cl.⁷, DB名)

C08L 67/00 - 67/04